

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ СИГНАЛОВ СЛОЖНОЙ ФОРМЫ ПРИ СПЕКТРАЛЬНОМ АНАЛИЗЕ ПОРОШКОВ МЕТОДОМ ВДУВАНИЯ

А.Г.Змитревич, А.А.Пупышев*

ОАО «Челябинский электрометаллургический комбинат»

454081, Челябинск, ОАО ЧЭМК

*Уральский государственный технический университет

620002, Екатеринбург, Мира, 19

e-mail: pupyshev@dpt.ustu.ru

Поступила в редакцию 15 января 2001 г.

Предложена методика измерения и расчета функции зависимости среднего единичного аналитического импульса, регистрируемого интегратором квантометра, от времени. Показано, что расчет, произведенный по предлагаемой методике, хорошо согласуется с осциллографическими наблюдениями и позволяет однозначно определять средние характеристики импульсных сигналов атомной эмиссии. Методика необходима для исследования процессов формирования аналитических сигналов при атомно-эмиссионном спектральном анализе порошков методом вдувания.

Змитревич Александр Генрихович – инженер рентгеноспектрального анализа ОАО «Челябинский электрометаллургический комбинат.

Область научных интересов: атомный эмиссионный спектральный анализ порошковых материалов; исследование процессов, влияющих на аналитический сигнал при введении порошка в источник эмиссии методом вдувания.

Автор 2 научных публикаций.

Пупышев Александр Алексеевич – доктор химических наук, профессор кафедры «Физико-химические методы анализа» Уральского государственного технического университета - УПИ.

Область научных интересов: методы атомной спектроскопии, исследование термохимических процессов в спектральных источниках, элементный и структурный анализ.

Автор более 210 печатных работ.

Аналитический сигнал эмиссии атомных спектральных линий при вдувании порошка в дугу имеет импульсный характер. Амплитуда, форма и ширина этих импульсов зависят от операционных условий анализа, химического и дисперсного состава вводимого в дугу порошкового материала, а также его индивидуальных термодинамических и теплофизических свойств. В частности, на параметры импульса оказывает сильное влияние наличие легкоионизируемых

элементов. Знание характеристик аналитического импульса помогает выбрать оптимальные операционные условия при разработке методик спектрального анализа порошков методом вдувания, а также устранить или минимизировать основные факторы, влияющие на точность и воспроизводимость анализа.

Осциллографические наблюдения сигналов атомной эмиссии, проведенные по методике вдувания порошков [1] с регистрацией сигнала фо-

тодиодом, включенным в фотогальваническом режиме (малая постоянная времени регистрации), показывают, что единичные аналитические импульсы отличаются друг от друга как по амплитуде, так и по ширине. Это связано как с естественной нестабильностью дуги, так и с погрешностью, вносимой аппаратурой вдувания. Например, на рис. 1 приведен результат фотографирования экрана осциллографа (С1-68) при вдувании известняка в дугу переменного тока и наблюдении излучения спектральных линий кальция в видимой области спектра. Люминофорное покрытие экрана имеет определенную инерцию, поэтому фотоаппарат при экспозиции 500 мс регистрирует ~50 наложившихся аналитических импульсов.

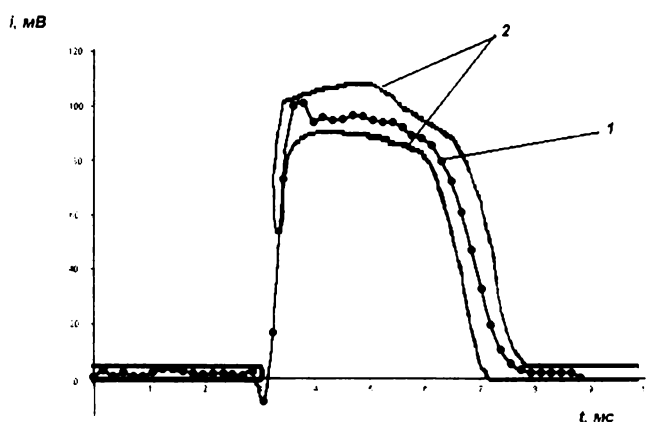


Рис. 1. Наложение рассчитанной (1) средней функции интенсивности аналитического сигнала i в зависимости от времени развития импульса t (время от нуля фазы питающего напряжения) на фотографию серии импульсов с экрана осциллографа (2)

Так как единичные импульсы отличаются друг от друга, то фотография наложения серии импульсов получается размытой, но в то же время границы изображения четко очерчены. На основании этих фактов можно сделать вывод о существовании некой усредненной функции изменения аналитического сигнала во времени, которую можно получить расчетными методами. Именно эта функция наиболее интересна как с точки зрения процессов, происходящих в дуге, так и для оценки влияния тех или иных факторов на интенсивность аналитических линий. Кроме того, данная функция позволяет выбрать оптимальный временной интервал для селекции аналитического сигнала при отработке методик количественного анализа. Однако цифровая обработка фотографического изображения крайне затруднительна из-за невозможности определения статистического вклада каждого импульса в

геометрию сигнала.

Целью данного исследования была разработка способа измерения, а также метода расчета для получения средней функции зависимости интенсивности единичного аналитического импульса от времени.

Как известно, каждый канал квантометра оснащен интегратором, который, собственно, и регистрирует интенсивность оптического сигнала детектора. Современная аппаратура регистрации, работающая в режимах динамического считывания и временной селекции сигнала, позволяет с высокой скоростью опрашивать накопительный конденсатор и обнулять интегратор. Если скорость опроса достаточно высокая, то мы получаем интегральную функцию развития интенсивности единичного импульса во времени в виде пар значений интенсивность сигнала-время. Теоретически, зависимость интегральной функции от времени выражается уравнением:

$$I(t) = \int i(t) dt, \quad (1)$$

где $I(t)$ - аналитический сигнал, накопленный интегратором за время измерения t , $i(t)$ - функция зависимости интенсивности единичного импульса от времени. Продифференцировав уравнение (1) и поделив обе части на dt , получим

$$i(t) = \frac{dI(t)}{dt}. \quad (2)$$

Если аналитический вид функции $I(t)$ известен, то нахождение $i(t)$ не составляет большого труда. В нашем случае интегральная функция получается в виде последовательного ряда значений (I_k, t_k) , где I_k - сигнал, который накопил интегратор к моменту времени t_k ; k - номер опроса интегратора. Соответственно, функцию $i(t)$ тоже можно получить в виде пар значений (i_k, t_k) , используя формулу численного дифференцирования:

$$i_k(t_k) = \frac{I_k(t_k) - I_{k-1}(t_{k-1})}{t_k - t_{k-1}}. \quad (3)$$

Однако такой способ обработки результатов всегда сопровождается сильным разбросом получаемых значений $i(t)$, поэтому дифференцируемую функцию рекомендуется вначале спрямить, для чего используют различные интерполяционные методы.

Например, можно нанести сетку значений (t_{k-1}, t_k, t_{k+1}) по оси абсцисс и значений (I_{k-1}, I_k, I_{k+1}) по оси ординат. Затем методом наименьших квадратов получить интерполяционную прямую, и тангенс угла наклона этой прямой будет являться

производной функции i_k в точке t_k . Если регистрировать несколько единичных импульсов и после окончания очередного импульса обнулять интегратор, то результат измерений можно представить в виде (I_k^l, t_k) , где l - номер импульса. Переход от I_k^l к I_k легко осуществить по формуле

$$I_k = \frac{1}{n} \sum_{l=1}^n I_k^l. \quad (4)$$

где n - количество импульсов. Таким образом, для каждого t_k получается усредненное значение интегральной функции по всем зарегистрированным импульсам. Далее, в соответствии с вышеизложенным, необходимо провести спрямление и дифференцирование I_k для получения значений i_k . Полученный в результате этих операций ряд значений (i_k, t_k) будет представлять собой среднюю функцию зависимости интенсивности единичного аналитического импульса от времени.

Следует отметить, что значения i_k выражены в единицах измерения интегратора. Кроме того, интегратор предназначен измерять только слабые сигналы, поэтому в большинстве случаев измеряемый сигнал требуется ослаблять. Для того чтобы i_k выразить в единицах реальной измеряемой характеристики, требуется некоторый коэффициент перевода. По определению, действующее значение силы тока будет равно постоянно-му току, который за одинаковое количество времени на одинаковой нагрузке выделяет такую же мощность. Очевидно, что все сказанное справедливо и для напряжения:

$$\frac{1}{T} \int_0^T u_{umr} dt = \frac{u_n}{T} \int_0^T dt. \quad (5)$$

где u_{umr} - мгновенное значение напряжения в импульсе; u_n - напряжение эквивалентного постоянного сигнала. T - период повторения импульса; t - время. С помощью интегратора мы измеряем ослабленный сигнал, связанный с реальным соотношением

$$K \int_0^T u_{umr} dt = U_{изм}. \quad (6)$$

где $U_{изм}$ - результат опроса интегратора в момент времени $t = T$; K - коэффициент ослабления измеряемой величины. Действующее значение измеряемой величины U_δ , полученное с помощью стандартного измерителя (вольтметра), будет следующим

$$\frac{u_n}{T} \int_0^T dt = U_\delta. \quad (7)$$

Таким образом коэффициент ослабления или перехода можно определить по формуле

$$K = \frac{U_\delta T}{U_{изм}}. \quad (8)$$

Данную расчетную модель проверяли путем подачи на вход интегратора квантометра П-образного калиброванного сигнала с шириной импульса 0.60 мс. Так как сигнал стабильный, операция усреднения не проводилась и интегратор не обнулялся. Опрос интегратора осуществляли через 0.026 мс. Результаты дифференцирования представлены на рис.2. Рассчитанная ширина импульса составила 0.61 мс. Это подтверждает, что изложенная выше методика дифференцирования не искажает формы электронного сигнала.

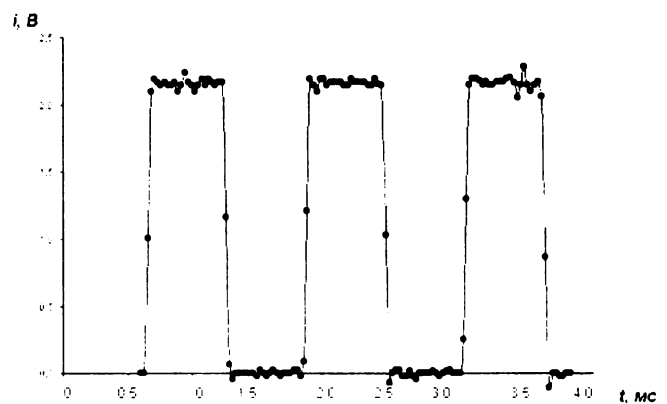


Рис. 2. Результат регистрации и расчета П-образного импульса по предлагаемой методике. Рассчитанные (сплошная линия) и измеренные (точки) значения сигнала i ; t - время от нуля фазы питающего напряжения

Пригодность предлагаемой методики для обработки аналитического сигнала проверяли при регистрации оптического сигнала одновременно осциллографом и интегратором. В качестве детектора вновь использовали фотодиод, сигнал с которого одновременно подавали на вход осциллографа и интегратора. В медную дугу переменного тока вдували порошок известняка крупностью менее 80 мкм (фаза поджига 60° по амплитуде питающего напряжения при силе тока 7 А, скорость поперечного потока воздуха 7 м/с и скорость вдувания порошка 6 мг/с). Регулировку количества вводимого порошка осуществляли с помощью аппарата АСУВ [2], отбор излучения проводили вдоль факела дуги [1].

Экран осциллографа фотографировали с экспозицией 500 мс: фотографии импульсов сканировали и обрабатывали графическим редактором. С помощью интегратора регистрировали и усредняли 500 последовательных импульсов. Опрос интегратора производили через 0.112 мс; пос-

ле окончания очередного импульса интегратор обнуляли. Действующее значение напряжения на фотодиоде U_d измеряли с помощью цифрового вольтметра. Затем по формуле (8) рассчитывали коэффициент ослабления K и приводили результаты расчета в систему единиц измерения осциллографа. После построения график зависимости интенсивности аналитического сигнала от времени с помощью графического редактора был сжат таким образом, чтобы эквивалентные деления на фотографии и на рисунке имели одинаковые линейные размеры. Результат графического наложения графика функции и фотографии экрана осциллографа представлены на рис. 1.

Анализ полученных данных позволяет сделать вывод, что предлагаемая методика измерения и

расчета дает возможность получить среднюю функцию зависимости интенсивности единичного аналитического сигнала от времени в формализованных единицах измерения, не искажая формы и ширины импульса сигнала (рис.2). На рис. 1 показано, что рассчитанная функция проходит через середину изображения, полученного с помощью осциллографа, и отвечает требованию, предъявляемому к средней функции. Так как функция средняя, то следует ожидать, что она будет воспроизводиться только при соблюдении постоянных операционных условий. Разработанная методика необходима для исследования процессов формирования аналитических сигналов при атомно-эмиссионном спектральном анализе порошков методом вдувания.

ЛИТЕРАТУРА

1. Змитрович А.Г., Пупышев А.А. // Аналитика и контроль. 2000. Т.4, №.2. С179-183.

2. Туманов А.К., Туманова Т.Г. // Заводская лаборатория. 1980. Т.46, №.3. С.228-230.

* * * * *